PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

07-206901

(43)Date of publication of application: 08.08.1995

(51)Int.Cl.

CO8B 15/08

(21)Application number: 06-308014

(71)Applicant:

AKZO NOBEL NV

(22)Date of filing:

12.12.1994

(72)Inventor:

BERGFELD MANFRED J

SEIFERT JUERGEN DR

(30)Priority

Priority number : 93 4342442

Priority date: 13.12.1993

Priority country: DE

(54) PRODUCTION OF LEVEL-OFF DP CELLULOSE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject compd. by partially hydrolyzing cellulose with water under a condition wherein only an amorphous region of a partially crystallized polysaccharide is decomposed under a specific pressure of oxygen and carbon dioxide and the polysaccharide is perfectly dissolved, to thereby reduce the chemical oxygen demand of a waste soln.

CONSTITUTION: Cellulose is partially hydrolyzed in an aq. reaction soln. in a bath liquid ratio of 1:3-1:40 within a pressure reactor using water under gas pressure of 0.1-60 bar of oxygen and/or carbon dioxide (measured at 20° C) at a temp. of 100-200° C within such a range that the partial pressures of respective gases are 30-70% of the total gas pressure under a condition decomposing only an amorphous region of a partially crystallized polysaccharide to perfectly dissolve the polysaccharide until level-off DP is achieved and the total use amt. of water and the amt. of waste water generated thereby is reduced and the CSB-value (chemical oxygen demand) of waste water is reduced to obtain the objective level-off DP cellulose.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

English abstray of Decement D

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-206901

(43)公開日 平成7年(1995)8月8日

(51) Int.Cl.⁶

C 0 8 B 15/08

識別記号

庁内整理番号 7433-4C

FΙ

Document 1)

技術表示箇所

(JF-A-7-206901)

審査請求 未請求 請求項の数10 〇L (全 7 頁)

(21)出願番号

特願平6-308014

(22)出願日

平成6年(1994)12月12日

(31)優先権主張番号 P4342442. 2

(32)優先日

1993年12月13日

(33)優先権主張国

ドイツ (DE)

(71)出願人 390009612

アクソ ノーベル ナムローゼ フェンノ

ートシャップ

AKZO NOBEL N. V.

オランダ国, 6824 ペーエム アンヘム,

フェルペルウェヒ 76

(72)発明者 マンフレート ヨーゼフ ベルクフェルト

ドイツ連邦共和国 エアレンパッハーメヒ ェンハルト アウグストープフェファーー

シュトラーセ 6

(72)発明者 ユルゲン ザイフェルト

ドイツ連邦共和国 グロースヴァルシュタ

ット シラーリング 23

(74)代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外2名)

(54) 【発明の名称】 レベルーオフ DP セルロースの製法

(57)【要約】

【目的】 セルロースの部分的加水分解によるレベルー オフ DP セルロースの製法

【構成】 レベルーオフ DP セルロースの製法にお いて、水性懸濁液中、機械的作用のもとで微晶性セルロ ースまで解凝集され得るセルロースを、加圧反応器中 で、水を用いて、酸素及び/又は二酸化炭素0.1~6 0バールのガス圧(20度で測定)下、100~200 度の温度で、レベルーオフ DPが達成されるまで部分 的に加水分解をする。この部分的加水分解を0.5~3 0 バールのガス圧 (20℃で測定)下、140~180 ℃の温度範囲で実施するのが有利である。

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 部分結晶多糖類の非晶質領域のみを分解 するが、これを完全に溶解するという条件下で、セルロ - スを部分的に加水分解することにより、レベルーオフ DP セルロースを製造する方法において、セルロー スを、加圧反応器中で水を用いて、酸素及び/又は二酸 化炭素0.1~60バール(20℃で測定)のガス圧 下、100~200℃の温度で、レベルーオフ DPが 達成されるまで、部分的に加水分解することを特徴とす る、レベルーオフ DP セルロースの製法。

1

【請求項2】 部分的な加水分解を、0.5~30バー ル(20℃で測定)のガス圧下で実施することを特徴と する、請求項1に記載の方法。

【請求項3】 部分的な加水分解を140~180℃の 温度範囲で実施することを特徴とする。請求項1又は2 に記載の方法。

【請求項4】 セルロースを、酸素及び二酸化炭素のガ ス圧の下で部分的に加水分解することを特徴とする、請 求項1から3のいずれかに記載の方法。

%である、請求項4に記載の方法。

【請求項6】 セルロースを、水性反応浴液中で、1: 3~1:40の浴液比で使用することを特徴とする、請 求項1から5のいずれかに記載の方法。

【請求項7】 浴液比は、1:8~1:20であること を特徴とする、請求項6に記載の方法。

【請求項8】 反応器の充填率は、その公称容量の50 ~90%である、請求項1から7のいずれかに記載の方 法。

とを特徴とする、請求項1から8のいずれかに記載の方

【請求項10】 レベルーオフ DP セルロースを、 水性懸濁液中、機械力作用の下で、分解し、微晶性セル ロースにすることを特徴とする、請求項1から9いずれ かに記載の方法。

> 必要な全水量 中和された酸から 生ずるNaCl 生ずるヘミセルロース これは、

50L/レベルーオフ DP セルロースkg

80g/レベルーオフ DP セルロースkg

60g/レベルーオフ DP セルロースkg

64g/レベルーオフ DP セルロースkg

のCSBに相応。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の課題 は、レベルーオフ DP セルロース lkg当りの必要 な全水量及びそれにより生ずる排水量を徹底的に減少さ せ、かつ特に、生ずる排水が無機塩をもはや含有しない 方法で、レベルーオフ DP セルロースの、環境を害 さない製法を提供するととである。更に、本発明のもう

* 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】レベルーオフ DP セルロース の製法は、公知である(例えば、米国特許明細書(US -PS) 第2978446号明細書、米国特許明細書 (US-PS) 第3141875号明細書及び米国特許 明細書(US-PS)第3146168号明細書)。0. A.Battistaにより、その論文、"Hydrolysis and Cryst allization of Cellulose" (Industrial and Engineerin 10 q Chemistry, Vol. 42(1950), 502~507)中で、新たにつく られた言葉であり、かつ当業者により一般に引用されて いる概念である、レベルーオフ DP セルロースは、 温和な条件の下で、部分的に加水分解されたセルロース を包含し、特に出発セルロースの結晶子度に関連するそ の重合度は、LODP (Levelling-off-Polymerisation sgrad)と称され、かつ、約30~400の範囲である。 【0002】レベルーオフ DP セルロースの公知製 法は、原則的に、その部分結晶多糖類の非晶質領域のみ を分解するが、それを完全に溶解するという条件下で 【請求項5】 各ガスの分圧は、全ガス圧の30~70 20 の、セルロースの部分的な加水分解を包含する。この 際、部分的な加水分解を、酸性媒体中で硫酸、FeC1 ,及び有利に、塩酸の水性溶液を用いて実施し、との場 合、この処理での重合度は、出発セルロースの由来に応 じて、かなり変動しうるLODPまで低下する。薬剤使 用用であるために、純粋生成物に対する要求は非常に高 いので、こうして得られたレベルーオフ DP セルロ ースを、濾過により、酸-もしくは塩含有の母液から分 離し、かつ、酸ーもしくは塩不含の生成物を得るため に、多量の水を用いて、かつ場合によりアルカリ性溶液 【請求項9】 反応を、連続運転反応器中で実施すると 30 の使用下で、経費をかけて洗浄する。濾過ケーキの再懸 濁の後に、噴霧乾燥を実施し、その際、微細な、流動可 能な最終生成物が得られる。

> 【0003】従来方法のおける1つの大きな問題は、か なりの量の汚れた排水が生じることである。実際には、 今日でもしばしばその係数が、更に2~3上回り、次の 量は、従来の最良の方法に典型的なものである:

> う、Cの製法により生ずる排水のCSB-値(化学的酸 素要求量(Chemischer Sauerstoffbedarf))を減少させ るととである。

[0005]

【課題を解決するための手段】意外にも、本発明のこの 課題は、次により解決されることが判明した:レベルー オフ DP セルロースの製造のために、セルロース を、加圧反応器中で水を用いて、酸素及び/又は二酸化 1つの課題は、有機廃物のかなり高い生成及びそれに伴 50 炭素0.1~60パール(20℃で測定)のガス圧下、

100~200℃の温度で、レベルーオフ DPが達成 されるまで、部分的に加水分解する。本発明の意味での 酸素は、少なくとも20重量%の酸素を含有する、不活 性ガスを有するガス混合物、例えば、空気である。不活 性ガスが存在する場合には、その分圧の故に、そのガス 混合物の使用されるべき全圧を相応して高め、それによ り、所望の酸素-ガス圧を達成すべきである。

【0006】本発明方法の有利な1実施形は、部分的な 加水分解を、0.5~30パール(20℃で測定)のガ ス圧下で実施する。レベルーオフ DP セルロースの 10 製造の際の高い反応速度及び良好な色数を達成するため に、部分的な加水分解を、140~180℃の温度範囲 で実施するのが殊に有利である。

【0007】本発明方法のために、原則的に、通常の製 法により、そのための慣用の原料から製造される、全て の精製セルロースが好適である。例えば、針葉樹、例え ば、セイヨウモミ、カラマツ及び欧州アカマツに由来す る、落葉樹、例えば、ブナ、ユーカリ及びシラカバに由 来する、又は一年性植物及び他の促成植物、例えばムギ わら、タケ及びアシに由来する、使用可能なパルプは、 亜硫酸塩-バルブ法、硫酸塩-バルブ法又は硝酸-バル フ法により製造されていてよい。しかし、精製セルロー スは、セルロースを多く含有する繊維、例えば、木綿、 ラミー、亜麻及び麻から得られていてもよい。再生セル ロース、例えばレーヨン及びステープルファイバー並び にその分解生成物も、好適である。部分的な加水分解に より得られるLODP-値は、まず第一に、前記の原料 の選択に依存している。LODP-値は、針葉樹、落葉 樹、一年性植物又は他の促成植物に由来し、部分的に加 水分解されたパルプ類の場合には、かつセルロースを多 く含有する繊維に由来する、部分的に加水分解精製され たセルロースの場合には、約200~400であり、一 方、再生セルロースは、はるかに低いLODP値、例え は、30~100を生ずる。

【0008】必要な酸素の又は二酸化炭素のガス圧の非 複合的使用の場合には、レベルーオフ DP セルロー スの製造の際に必要な全水量は、従来方法の際の501 /kgの約50%、即ち、約25L/レベル-オフ D P セルロースkgまで減少させることができる。本発 明方法による中和要求を欠くため、塩も、もはや副産物 として生じないので、それから生じる排水も、相応して 塩不含である。酸素又は二酸化炭素の単独の使用は、従 来技術方法に比べ、CSB-値の著しい減少、即ち、6 4g/kgから約30g/kg~50g/レベルーオフ

DPセルロースkgへの減少をもたらす。更に、酸素 の単独ガス圧下でのセルロースの部分的加水分解の際 に、約5パールからレベルーオフ DP セルロースが 得られ、これは、使用された出発セルロースと比べて、 明白な色の清澄さで優れているのみでなく、従来方法の 典型的な収率(90~95%)を上回る、95%以上の 50 定な O/\mathbb{W} -型エマルジョン用の安定剤として、及び食

収率を有する。

【0009】本発明方法の殊に有利な1実施形は、セル ロースを、酸素及び二酸化炭素のガス圧下で、部分的に 加水分解することよりなる。この場合、それぞれのガス の分圧は、全圧の30~70%であるのが有利である。 純粋な酸素と二酸化炭素との組合せは、従来技術の製法 による収率を上回る、レベルーオフ DP セルロース の収率を生ぜしめる。後者の収率は、90~95%が典 型的である一方で、本発明の組合せは、一般に、95~ 98%の収率を生ぜしめる。殊に、酸素と二酸化炭素と の組合せは、一般に、約20~30g/レベルーオフ DP セルロースkgのみのCSB-値をもたらし、そ の結果、本製法から生ずる排水の汚染度は、有機不純物 に関しても、従来方法と比較してかなり減少でき、これ は、この場合に必要で、かつ慣用方法と比べて約50% 減少した、方法経過からの全水量に、中和の必要がな く、無機塩がもはや導入されないとととは関係ない。更 に、この組合せで、2.5バールの酸素分圧から最終生 成物で、80以上のエルレホ(Elrepho)による色値が 20 得られ、その結果、これにより得られたレベルーオフD Pセルロースは、それぞれ使用された出発セルロースと 比べて、明白な色の清澄化を示す。

【0010】セルロースの部分的な加水分解を、一般 に、撹拌機、例えば、プロペラ撹拌機、又は他の、セル ロースー加工工業で慣用の撹拌機タイプを備えている、 慣用の加圧反応器中で実施する。使用出発セルロース を、まず、例えば、5×5×1mmの大きさのチップに 切断し、かつチップと共に過剰な水を用いて、水性反応 浴液を形成させ、これを反応条件下ですぐに繊維パルプ (パルプ)の形で予め導入する。浴液比は、広い範囲で 変動することができ、一般に、1:3~1:40であっ てよい。一般に、本発明方法のために、浴液比は、1: 8~1:20が有利である。水性反応浴液で装入された 反応器の充填率は、一般に、その公称容量の50~90 %である。

【0011】加圧反応器は、閉鎖系として運転してもよ く、従って、本発明方法は、非連続的に実施される。と の反応のために使用されるガスは、化学的にほとんど消 費されないので、それをほぼ完全に、次のバッチのため 40 に再使用できる。だが、全ての量的な流出経過及び組成 を一定に保持し、かつ時間的に一定に保持した反応条件 下で、加圧反応器を完全に連続的に運転することも可能 である。本発明の範囲では、反応を連続的に運転可能な 加圧反応器中で実施するのが有利である。

【0012】本発明の方法により得られたレベルーオフ DP セルロースは、従来方法による、例えば強鉱酸 を用いて製造されたレベルーオフ DP セルロースと 同様に、全ての薬剤使用のための要求を満たし、かつ従 って、殊に錠剤の製造用の助剤として、懸濁液又は熱安

品分野で使用することができる。特定の使用のために、 1μm又はそれより小さい粒子の寸法を、所望する場合 には、自体公知の方法で、レベルーオフ DPセルロー スを水性懸濁液中で、機械力作用下で、解凝集させて微 晶性セルロースにするのが有利である。

【0013】次の実施例で、酸素又は二酸化炭素又は双 方のガスを組み合わせたものを、浴液の充填及び加圧反 応器の閉鎖の後に、室温で圧入し、その際、例えば、ガ スの液体中への溶解による圧力低下の場合には、所望の ガス相内での所望のガス圧値が、一定に保持されるま で、ガスを後に圧入した。従って、所望のガス圧は、常 に20℃での測定温度に関連している。最後に、反応器 に、2重ジャケットを介して、2重ジャケットを用い て、常にほぼ同じ加熱時間で、反応温度にし、その際、 限界温度の達成を反応時間の開始と評価した。

【0014】分析的に、レベルーオフ DP セルロー スで、かつ方法の経過から、次のパラメーターを測定し た:収率を、セルロースー秤量分及び反応生成物ー計測 収量の双方の値に基いて、かつそれぞれ真空条件下で、 炉で乾燥された材料を用いて、計測収量/秤量分の商× 20 後に、20℃、0.5パールで、二酸化炭素を圧入し 100%として測定した。

【0015】平均重合度(=DP)の測定は、DIN5 4270の1及び2部に従った。

【0016】CSB-測定を、DIN38409により 実施した:「水/排水及び引火点法に関するドイツ統一 方法(Deutches Einheitsverfahren fuer Wasser/Abwas serund Flammpunktsverfahren)].

【0017】エルレホによる色値をツァイス社(Firma Ziess)のOberkochen、TYp"エルレホ"の装置を用いて、 比較物質BaSO、と比較する、フィルターR46の使 用下での粉末状の試料の規約反射率測定により測定す る。この測定を、DIN53145中の記載と同様に実 施する。

【0018】セルロースの酸化的損傷のための目安とな り得るカルボキシル基数("COOH)を、0、1N-NaOH滴定法を用いて、予めIN-HCLを用いて処 理され、かつ引続き完全脱塩水を用いて、中性まで洗浄 された試料で測定した。

【0019】相対的結晶特性値(X。)を、P.H.Hermans 及びA.Weidinger(J.Appl.Phys.19(1948)491もしくはJ.P 40 ルロースの特性、収率及びCSB-値は、次のとおりで olym.Sci.4(1949)135)の方法に依って測定した。「相対 的」とは、この場合では、数値が、その相対的な偏差内*

*で相互に比較可能なことを意味するが、絶対的な大きさ を表すものではない。しかし、これは全て、相当する絶 対値(例えば、公知の絶対結晶度の物質を用いた標準系 を介して、得られる)とは、単に一定の関数で異なって

[0020]

【実施例】本発明を、次の例により詳述する。

【0021】例 1

出発セルロースとして、ドイツトウヒ(Nordische Fich 10 te)から亜硫酸法により製造され、かつα-セルロース -含分92.2%、1400のDP、エルレホによる色 数79.4及びX。-値0.66並びにCOOH-数2 0ミリモル/kgを有する、市販で入手可能な化学パル プを使用した。加圧反応器として、BUECHI社の撹 拌機を備えた11-実験用-加圧装置を使用した。反応 浴液を、薄層状の前記のパルプの約5×5×1mmに切 断されたチップから、過剰な水中で形成し、かつ浴液比 を、1:19にした。反応器を、その公称容量の約50 %まで、この反応浴液で満たした。加圧反応器の閉鎖の た。この後、加圧反応器を、熱伝達油を用いる2重ジャ ケットにより、160℃の反応温度にし、かつとの温度 の達成を、反応時間の開始とみなし、ここで、これは5 時間であった。反応時間の経過の後に、加圧反応器を約 60分間で、約80℃まで冷却し、ガスを放出し、かつ その後に、反応器を開けた。

【0022】反応生成物を、吸引濾過器上で濾別し、か つその後、濾過ケーキを、乾燥レベルーオフ DP セ ルロース1 kg当り、脱イオン水約5 Lを用いて吸引濾 30 過器上で洗浄した。濾過ケーキは湿った状態で、レベル -オフ DP セルロースに典型的なペースト状の、 「ローム状」の粘稠性を有した。この濾液で、CSB-値を測定し、かつmg/Lで確定された値を、g/得ら れたレベルーオフ DPセルロースkgに換算した。 【0023】60℃、20ミリバールでの1晩の乾燥の 後に、固く、ブロックとして存在する濾過ケーキを実験 用粉砕機中で粉砕して、良好な流動可能な生成物にし た。引き続き、これで色値、DP及び相対的結晶特性値 (X₆)を測定した。得られたレベルーオフ DP セ あった:

収率: 97.1% CSB(g/最終生成物kg):28.1

DP: 295 エルレホによる色値:78.8

 $X_{R}: 0.69$

例 2

との場合、部分的加水分解を、5.0バールの二酸化炭 素-ガス圧下で実施することで変更して、例1を繰り返※ ※した。得られたレベルーオフ DP セルロースの特 性、収率及びCSB-値(g/レベルーオフ DP セ ルロース k g) は、次のとおりである:

収率: 97.0% CSB(g/最終生成物kg):48.5

DP: 302 エルレホによる色値:78.2 7

 $X_{R}: 0.71$

例 3

部分的加水分解を、10.0パールの二酸化炭素-ガス 圧下のとおりで実施することで変更して、例1を繰り返 した。得られたレベルーオフ DP セルロースの特 *

*性、収率、CSB-値(g/レベルーオフ DP セル ロースkg)並びにカルボキシル基数は、次のとおりで あった:

収率: 94.8%

CSB(g/最終生成物kg):36.7

DP:318

エルレホによる色値:78.5

 $X_8:0.70$

°COOH:12ミリモル∕kg

例 4

※実施した。得られたレベルーオフ DP セルロースの

反応温度を160℃、かつ反応時間を2時間に変更し 10 特性、収率及びCSB-値(g/レベルーオフ DP て、例1を繰り返した。更に、部分的加水分解もしくは

セルロースkg)は、次のとおりであった:

平均重合度の低減を、2.5パールの酸素-ガス圧下で※

収率: 92.7%

CSB(g/最終生成物kg):31.9

DP:303

エルレホによる色値:79.2

 $X_{R}: 0.71$

例 5

★レベルーオフ DP セルロースの特性、収率及びCS 平均重合度の低減を、5.0バールの酸素-ガス圧下で B-値(g/レベルーオフ DP セルロースkg)

実施することで変更して、例4を繰り返した。得られた★ は、次のとおりであった:

収率: 95.9% DP:313

CSB(g/最終生成物kg):30.5 エルレホによる色値:82.9

 $X_{R}: 0.71$

例 6

☆レベルーオフ DP セルロースの特性、収率及びCS B-値(g/レベルーオフ DP セルロースkg)

部分的加水分解を、10.0パールの酸素-ガス圧下で 実施することで変更して、例4を繰り返した。得られた☆ は、次のとおりであった:

収率: 97.0% DP:305

CSB(g/最終生成物kg):29.4 エルレホによる色値:83.4

 $X_{R}: 0.71$

例 7

この例では、セルロースの部分的加水分解を、酸素と二 応温度は、同じく160度、かつ反応温度は2時間であ った。酸素及び二酸化炭素の分圧は、共に2.5バール◆

◆であった。他は、例1と同様に方法を実施した。得られ たレベルーオフ DP セルロースの特性、収率、CS 酸化炭素との組合せを用いて例4と同様に実施した。反 30 B-値(g/レベル-オフ DP セルロースkg)並 びにCOOH-数は、次のとおりであった:

収率: 98.2%

- CSB(g/最終生成物kg):28.5

DP:318

エルレホによる色値:80.8

 $X_{8}:0.72$

"COOH: 13ミリモル/kg

例 8 *P セルロースの特性、収率及びCSB-値(g/レベ 酸素及び二酸化炭素の分圧をそれぞれ5.0パールに変 ルーオフ DP セルロースkg)並びにCOOH-数 更して、例7を繰り返した。得られたレベルーオフ D米 は、次のとおりであった:

収率: 96.1%

CSB(g/最終生成物kg):20.9

DP: 312

エルレホによる色値:81.6

 $X_{8}:0.72$

"COOH: 14ミリモル/kg

例 9

※ DP セルロースの特性、収率及びCSB-値(g/レ ベルーオフ DP セルロースkg)は、次のとおりで

酸素及び二酸化炭素の分圧をそれぞれ10.0バールに 変更して、例7を繰り返した。得られたレベルーオフ ※ あった:

CSB(g/最終生成物kg):30.1

収率: 95.3% DP:308

エルレホによる色値:84.1

 $X_8:0.71$

例 10

- 撹拌オートクレーブ中、180℃の反応温度、15分 間の反応時間で実施した。酸素及び二酸化炭素の分圧

との例では、バルブの部分的加水分解を、酸素と二酸化 炭素との組合せを用いて、3L-BUECHI-実験用 50 は、共に2.5バール(20℃で測定)であり、反応温

度180℃での全圧は、20.6バールであった。他 */レベルーオフ DP セルロースkg)並びにCOO は、例1と同様に方法を実施した。得られたレベルーオ フ DP セルロースの特性、収率及びCSB-値(g*

H-数は、次のとおりであった:

収率 95.4% CSB(g/最終生成物kg):31.4

DP: 315

エルレホによる色値:83.1

 $X_{R}: 0.69$

"COOH: 12ミリモル/kg

例 11

この場合、部分的加水分解を5.0バールの酸素-ガス 圧(20℃で測定)下、1:10の溶液比で実施するこ とで変更して、例10を繰り返した。15分間の反応時※10 セルロースkg)は、次のとおりであった:

※間の間に、反応温度180度での全圧は、17.9パー ルであった。得られたレベルーオフ DP セルロース の特性、収率及びCSB-値(g/レベル-オフ DP

収率: 95.8%

DP:308 $X_{R}: 0.70$ CSB(g/最終生成物kg):43.8

エルレホによる色値:81.3

例 12

工業実験では、バルブの部分的加水分解を、5.0バー ルの酸素ガス圧(他と同様に20℃で測定)下、100 L-規模で、1:19の浴液比で実施した。との場合、 反応器としては、Friedrichsfeld社の、傾斜羽根撹拌機 を備えた150L-チタン-圧力オートクレーブを使用 ケットにより実施した。反応温度は、180℃、この場 合の全圧は、17.0パール、かつ反応時間は、0.5★

★ h であった。

【0024】得られた反応生成物を、水51/生成物 k gを用いての遠心分離機-洗浄の後に、噴霧乾燥させ、 かつ米国薬局方(US-Pharmacopeia)中の、薬剤使用の ために使用すべき微晶性セルロースのために記載されて いるような、仕様試験を実施した。得られた結果を、既 した。との場合も、加熱を、熱伝達油を用いる2重ジャ 20 成の、市場で入手できる生成物、FMC Corp、社 (米国、フィラデルフィア)のAvicel PH 1 01と比較して、次の表に示す:

> 表 1:レベルーオフ DP セルロースの仕様試験 (米国薬局方による仕様書XXI、NF XVI 1546頁)

仕様	市販の比較物質 (Avicel PH 101)	本発明方法による 試料(例12)
 粒度		
< 1% 250 μ m	0.0%	0.2%
$< 30\%$ 75 μ m	9.9%	16.2%
平均粒度 [μm]	45.1	47.6
<6重量%	4.5%	4.7%
p H -値		
5. 5~7. O	6. 1	5. 5
< 0. 16重量%	0.13%	0.07%
 エーテル溶解性分		
< 0.05重量%	0.005%	0.003%
ーーーーー でん粉		
検出不可	+	+
·····································		
3 h 不発生	+	+

11

灰分含量 <0.1重量%	0.05%	0.03%
エルレホによる白色度・	78.8	82.6
塩素含分[ppm]・	1 4 0	7 6
DP·	283 <u>+</u> 10	295 <u>+</u> 10

+=規格内

*物に対して、部分的に優れているといえる。得られたレベルーオフ DP セルロースの他の特性は、次のとお

12

·=米国薬局方による仕様ではないが、重要な比較パラメーター

Cれにより、例12により得られた生成物は、比較生成*収率: 95.3%CS

CSB(g/最終生成物kg):41.6

DP:295

エルレホによる色値:82.6

りであった:

 $X_{R}: 0.73$